

**MANUFACTURE OF 'PERMALLOY(R)' SINTERED COMPACT**

**Patent number:** JP10147832  
**Publication date:** 1998-06-02  
**Inventor:** OTSUKA AKIHITO  
**Applicant:** SUMITOMO METAL MINING CO  
**Classification:**  
**- International:** *H01F1/147; H01F41/02; H01F1/12; H01F41/02; (IPC1-7): C22C33/02; C22C1/04; C22C19/03; C22C38/00; H01F1/22*  
**- european:** H01F1/147N4B; H01F41/02A4  
**Application number:** JP19960306184 19961118  
**Priority number(s):** JP19960306184 19961118

Report a data error here

**Abstract of JP10147832**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method of manufacturing a 'Permalloy(R)' sintered compact excellent in soft-magnetic characteristics and having mechanical properties equal to those of a melted material. **SOLUTION:** A metal powder, containing C, is added to a powdered raw material consisting of, by weight, 35-80% Ni and the balance essentially Fe and containing  $\geq 0.1\%$  oxygen as an inevitable impurity. The resultant powder mixture is compacted, or a kneaded material is prepared by adding a binder to the resultant powder mixture and further this kneaded material is subjected to injection molding. Then, the resultant green compact or molding is sintered in a nonoxidizing atmosphere, by which a 'Permalloy(R)' sintered compact, containing  $\leq 0.1\text{wt.}\%$  C and  $\leq 0.3\text{wt.}\%$  oxygen and having  $\geq 92\%$  relative density, can be manufactured.

~~~~~  
Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-147832

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月2日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 2 2 C 33/02  
1/04  
19/03  
38/00 3 0 3  
H 0 1 F 1/22

F I  
C 2 2 C 33/02 L  
1/04 B  
19/03 E  
38/00 3 0 3 S  
H 0 1 F 1/22

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平8-306184  
(22) 出願日 平成8年(1996)11月18日

(71) 出願人 000183303  
住友金属鉱山株式会社  
東京都港区新橋5丁目11番3号  
(72) 発明者 大塚 昭仁  
神奈川県大和市下鶴間3860住友金属鉱山株  
式会社特殊合金工場内

(54) 【発明の名称】 パーマロイ焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 軟磁気特性に優れ、溶製材と同程度の機械的  
特性を有するパーマロイ焼結体を製造する方法を提供す  
る。

【解決手段】 Niを35~80重量%含み、残部が実  
質的にFeからなり、不可避不純物として酸素を0.1  
重量%以上含む原料粉末にCを含む金属粉末を添加し、  
得られた混合粉末を成形した後、または該混合粉末にバ  
インダーを添加して混練物を得、さらに該混練物を射出  
成形した後、非酸化性雰囲気で焼結し、Cを0.1重量  
%以下、酸素を0.3重量%以下含み、かつ、相対密度  
が92%以上のパーマロイ焼結体を製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 Ni を 35～80 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.1 重量% 以上含む原料粉末に、C を含む金属粉末を添加し、得られた混合粉末を成形した後、非酸化性雰囲気中で焼結し、C を 0.1 重量% 以下、酸素を 0.3 重量% 以下含み、かつ、相対密度が 92% 以上の焼結体を得ることを特徴とするパーマロイ焼結体の製造方法。

【請求項 2】 Ni を 35～80 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.1 重量% 以上含む原料粉末に、C を含む金属粉末を添加し、得られた混合粉末にバインダーを添加して混練物を調整し、さらに該混練物を射出成形した後、非酸化性雰囲気中で焼結し、C を 0.1 重量% 以下、酸素を 0.3 重量% 以下含み、かつ、相対密度が 92% 以上の焼結体を得ることを特徴とするパーマロイ焼結体の製造方法。

【請求項 3】 非酸化性雰囲気、真空雰囲気または水素雰囲気であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のパーマロイ焼結体の製造方法。

【請求項 4】 原料粉末は、酸素を 0.6 重量% 以下含むことを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のパーマロイ焼結体の製造方法。

【請求項 5】 原料粉末に添加する C を含む金属粉末は、Fe-C 粉末であり、その添加量が 5～50 重量% であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のパーマロイ焼結体の方法。

【請求項 6】 前記の粉末が Ni および Fe の他に、Mo、Cu、Cr、Si、Mn から選ばれる少なくとも 1 種以上の元素を合計で 8 重量% 以下含むことを特徴とする請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載のパーマロイ焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、軟磁気特性に優れ、溶製材と同程度の機械的特性を有するパーマロイ焼結体の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録における磁気ヘッドの役割は、どのような微小な信号に対しても忠実に記録、再生することである。そのためには、微小な電流あるいは磁場に対して容易に応答できるような材料、つまり高透磁率材料でなければならない。

【0003】パーマロイは、軟磁気特性材料の中でも、保磁力が小さく、透磁率が高い材料として知られており、磁気ヘッドなどに用いられている。パーマロイとは、Ni を 35～80 重量% 含み、残部が Fe からなる二元系合金およびこれに Mo、Cu、Cr、Si、Mn などを添加した多元系合金である高透磁率材料の総称である。

【0004】上記パーマロイ製品を製造するには、一般

に溶製材を機械加工する方法が行われている。しかし、複雑な形状のパーマロイ製品を製造する場合、上記溶製材を機械加工する方法では成形加工に際して、不要部分が多く発生しその結果、製品の最終価格が高価になるため、粉末冶金法による方法が試みられている。

【0005】しかしながら、粉末冶金法による方法は、複雑な形状の製品を製造する上で利点を有するものの、製品の高密度化が難しく、強いて高密度化を計ろうとすると、高価な超微粒原料の使用、長時間の焼結、熱間静水圧圧縮成型処理 (HIP 処理) などを行わなければならない。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記の事情に鑑み、軟磁気特性に優れ、溶製材と同程度の機械的特性を有するパーマロイ焼結体を製造する方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記目的を達成するものであり、Ni を 35～80 重量%、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.1 重量% 以上含む原料粉末に C を含む金属粉末を添加し、得られた混合粉末を成形した後、または該混合粉末にバインダーを添加して混練物を得、さらに該混練物を射出成形した後、非酸化性雰囲気中で焼結し、C を 0.1 重量% 以下、酸素を 0.3 重量% 以下含み、かつ、相対密度が 92% 以上の焼結体を得ることからなるパーマロイ焼結体の製造方法である。

【0008】本発明において、非酸化性雰囲気は真空雰囲気または水素雰囲気であることが好ましく、また、原料粉末は、酸素を 0.6 重量% 以下含むものであることが好ましい。

【0009】さらに、原料粉末に添加する金属粉末は、Fe-C であり、その添加量は 5～50 重量% であり、粒径が 3～20  $\mu\text{m}$  であることが好ましい。

【0010】また、原料粉末が Ni および Fe の他に、Mo、Cu、Cr、Si、Mn から選ばれる少なくとも 1 種以上の元素を合計で 8 重量% 以下含むことを特徴とするパーマロイ焼結体の製造方法である。

## 【0011】

【発明の実施の形態】本発明のパーマロイ焼結体の製造方法においては、Ni を 35～80 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなり、必要に応じ公知の添加元素として知られている、Mo、Cu、Cr、Si、Mn を合計で 8 重量% 以下含有し、不可避不純物として酸素を 0.1 重量% 以上含む原料粉末に、C を含む金属粉末を添加することが必要である。上記 C を含む金属粉末を添加することによって、後工程で非酸化性雰囲気中で焼結する際、C と原料粉末中の酸素が反応して CO ガスを生成、放出するので、製造される焼結体中の酸素が除去されると共に、焼結が促進し、パーマロイ焼結体の緻密化 (相

対密度 92%以上) が達成されるものである。

【0012】添加する C 源としては、C 粉末を添加する方法もあるが、C 粉末を均一に分散させることが難しく、不均一な場合には部分的に C が凝集し、CO ガスの生成反応を促進させるために、高温で焼結を行ったり、焼結のための保持時間を長くする必要があった。

【0013】そこで、例えば、Fe-C 粉末などの C を含む金属粉末を添加することにより、C が均一に分散され、CO ガスの生成反応も促進されやすくなる。

【0014】C を含む金属粉末を添加する原料粉末の Ni 含有量が 35~80 重量%の組成を外れると特徴である透磁率が低下する。また、C を含む金属粉末を添加する上記原料粉末中に不可避不純物として含まれる酸素の含有量が 0.1 重量%未満では、C による上記パーマロイの焼結体の緻密化作用が十分に発揮されない。

【0015】C を含む金属粉末を添加する上記原料粉末中に不可避不純物として含まれる酸素の含有量の上限は、通常 0.6 重量%程度であるが、0.6 重量%を若干越えてもよい。ただし、酸素含有量が余りに多過ぎると、添加されるべき C を含む金属粉末の量が多くなり過ぎて、製造されるパーマロイ焼結体の C 含有量を制御し難く、該 C 含有量が 0.1 重量%を越え易くなる。

【0016】C を含む金属粉末を添加する上記原料粉末の粒径は、平均粒径で 3~50  $\mu\text{m}$  が好ましい。3  $\mu\text{m}$  未満では、酸素含有量が 0.4 重量%程度以下のものが入手し難いか、入手し得るにしても高価となり、一方、50  $\mu\text{m}$  を越えると、上記原料粉末の焼結性が低下する。

【0017】本発明のパーマロイ焼結体の製造方法において、原料粉末に添加する C を含む金属粉末は、通常、添加して得られる混合粉末の C 量が、0.05~0.4 重量%になるように添加するが、後工程の焼結で C を 0.1 重量%以下、酸素を 0.3 重量%以下含む焼結体を得られるように該 C 含有量を適宜定めることができるものである。

【0018】上記 C を含む金属粉末を添加して得られる混合粉末は、圧縮成形などに供される。また、バインダーを添加する場合、バインダーと混練後射出成形し、射出成形体を脱バインダーする。このバインダーは、射出成形体を脱バインダーした後に C 分が残留し難いバインダー、例えばワックスを主成分としたバインダーが好ましい。

【0019】圧縮成形や射出成形などの後、成形体を非酸化性雰囲気中で焼結することにより、パーマロイ焼結体を製造する。

【0020】また、パーマロイ合金において、必要に応じて Mo、Cu、Cr、Si、Mn 等の元素を添加することができるが、これらの元素は、電気抵抗を増加させる効果があり、特に交流電源で使用する際には、電気抵抗が高いほど内部が磁化されやすくなる。しかし、これら

の添加元素量が合計で 8 重量%を越えると電気抵抗は増加するもののパーマロイの特長である透磁率が低下することとなるので、添加量の上限は 8 重量%程度が適当である。

【0021】上記パーマロイ焼結体の製造方法において、C を含む金属粉末を添加して混合粉末を得た後は、公知の方法を行うが、製造するパーマロイ焼結体は、C 含有量が 0.1 重量%以下、酸素含有量が 0.3 重量%以下であり、かつ、相対密度が 92%以上である必要がある。そのようなパーマロイ焼結体を製造するのに適当な条件を採用することができる。

【0022】製造するパーマロイ焼結体の C 含有量が 0.1 重量%を越えると、該パーマロイ焼結体の磁気特性や耐食性が低下する。また、酸素含有量が 0.3 重量%を越えると、相対密度が 92%以上の焼結体となり難い。相対密度が 92%未満では、磁気特性が低下し、溶製材に匹敵する機械的特性を有する焼結体製品とはなり難い。

【0023】

【実施例】

(実施例 1) 純 Fe 粉 (平均粒径 6  $\mu\text{m}$ 、酸素含有量 0.35 重量%) と Ni 粉 (平均粒径 5  $\mu\text{m}$ 、酸素含有量 0.35 重量%) に Fe-1.0 重量% C 粉末 (平均粒径 6  $\mu\text{m}$ 、酸素含有量 0.30 重量%) を添加用として用い、Ni が 45 重量%および C を 0.15 重量%含み、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.34 重量%含む混合粉末を得た後、潤滑材として 1.5 重量%のパラフィンワックスを混ぜ、圧力を 1500 kgf/cm<sup>2</sup> としてこの混合粉末を圧縮成形した。得られた圧縮成形体 (外径 20 mm、内径 10 mm、高さ 8 mm のリング形状) を真空中 1330°C の温度で 2 時間焼結してパーマロイ焼結体を製造した。そして、製造した焼結体の C 含有量、酸素含有量、相対密度を測定し、磁気特性を評価するため、直流記録磁束計により BH ヒステリシス曲線を描いて保磁力 (Hc)、最大透磁率 ( $\mu_{\text{max}}$ )、外部磁場が 100 Oe の時の磁束密度 (B10) および電気抵抗を測定した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0024】(実施例 2) 実施例 1 と同様にして混合粉末を得た後、この混合粉末とワックス系バインダーの容量比が 57:43 となるようにワックス系バインダーをこの混合粉末に添加して 150°C で混練し、次にこの混練物をペレット状に造粒した。

【0025】この後、上記ペレットを射出成形機を用いて射出成形し、次にこの射出成形体を 300°C で 2 時間保持してワックス系バインダーを除去した。得られた射出成形体 (外径 20 mm、内径 10 mm、高さ 8 mm のリング形状) を真空中 1330°C の温度で 2 時間焼結してパーマロイ焼結体を製造した。そして、製造した焼結体の C 含有量、酸素含有量、相対密度および磁気特性を

実施例 1 と同様に測定した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0026】(実施例 3) Ni を 45 重量% および C を 0.30 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.34 重量% 含む混合粉末を得た以外は、実施例 2 と同様に試験した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0027】(実施例 4) Ni を 45 重量% および C を 0.10 重量% 含み、さらに Mo 粉 (平均粒径  $6\mu\text{m}$ 、酸素含有量 0.35 重量%) を 3 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなり、不可避不純物として酸素を 0.34 重量% 含む混合粉末を得た以外は、実施例 2 と同様に試験した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0028】(比較例 1) 原料粉末への添加用としての Fe-1.0 重量% C 粉末を用いなかったこと以外は、実施例 2 と同様に試験した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0029】(比較例 2) 原料粉末への添加用としての Fe-1.0 重量% C 粉末の配合量を多くし、C 含有量を 0.50 重量% とした以外は、実施例 2 と同様に試験した。それらの結果を表 1 及び表 2 に示す。

【0030】(従来例) Ni を 45 重量% 含み、残部が実質的に Fe からなる溶製材の板から外形 20mm、内径 10mm、高さ 8mm のリング状に切り出し、得られた切削品を真空雰囲気中で 850℃ で 1 時間歪み取り熱処理を実施した後に、実施例 1 と同様に磁気特性の測定を行った。それらの結果を表 2 に示す。

【0031】上記の実施例及び比較例の混合粉末組成と成型法を表 1 に、得られた焼結体の磁気特性を表 2 に示す。

【0032】

【表 1】

|       | 混合粉末組成<br>(重量%) |      |      | 成型法 | 焼結体組成<br>(重量%) |       | 相対<br>密度<br>(%) |
|-------|-----------------|------|------|-----|----------------|-------|-----------------|
|       | Ni              | C    | 酸素   |     | C              | 酸素    |                 |
| 実施例 1 | 45              | 0.15 | 0.34 | 圧縮  | 0.008          | 0.018 | 95.8            |
| 実施例 2 | 45              | 0.15 | 0.34 | 射出  | 0.009          | 0.017 | 95.6            |
| 実施例 3 | 45              | 0.30 | 0.34 | 射出  | 0.013          | 0.007 | 96.1            |
| 実施例 4 | 45              | 0.15 | 0.34 | 射出  | 0.011          | 0.019 | 95.3            |
| 比較例 1 | 45              | 0.01 | 0.35 | 射出  | 0.005          | 0.32  | 84.2            |
| 比較例 2 | 45              | 0.50 | 0.33 | 射出  | 0.21           | 0.006 | 96.4            |

【表 2】

|       | 保持力<br>Hc<br>(%) | 最大<br>透磁率<br>$\mu_{\text{max}}$<br>(0e) | 磁束<br>密度<br>B10<br>(G/0e) | 電気<br>抵抗値<br>$\mu\Omega\cdot\text{cm}$ |
|-------|------------------|-----------------------------------------|---------------------------|----------------------------------------|
| 実施例 1 | 0.22             | 18,000                                  | 13,500                    | 47                                     |
| 実施例 2 | 0.22             | 17,900                                  | 13,500                    | 48                                     |
| 実施例 3 | 0.23             | 17,400                                  | 13,900                    | 47                                     |
| 実施例 4 | 0.27             | 15,800                                  | 12,500                    | 75                                     |
| 比較例 1 | 0.32             | 10,500                                  | 11,500                    | 46                                     |
| 比較例 2 | 0.70             | 8,500                                   | 12,200                    | 45                                     |
| 従来例   | 0.21             | 18,200                                  | 14,100                    | 48                                     |

以上のことから次のことが分かる。即ち、(1) 実施例 1～4 のパーマロイ焼結体は、いずれも、C 含有量が 0.1 重量% 以下で、酸素含有量が 0.3 重量% 以下であり、相対密度が 92% 以上を有している。また、磁気特性としては、保磁力が低く、透磁率、磁束密度が高い材料程優れているが、これらの実施例はいずれも良好な磁気特性を有している。(2) 比較例 1 のパーマロイ焼結体は、酸素含有量が 0.3 重量% と多く、相対密度が低いため、磁気特性、機械的特性が劣る。(3) 比較例 2 のパーマロイ焼結体は、C 含有量が 0.21 重量% と多過ぎたため、磁気特性が劣るものとなった。

【0033】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、軟磁気特性に優れ、溶製材と同程度の機械的特性を有するパーマロイ焼結体を製造することができる。